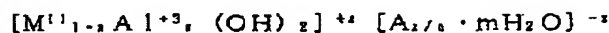


EUROPEAN PATENT OFFICE

Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 2000211917
PUBLICATION DATE : 02-08-00



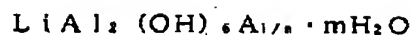
APPLICATION DATE : 22-01-99
APPLICATION NUMBER : 11014471

APPLICANT : KYOWA CHEM IND CO LTD;

INVENTOR : SHIMIZU KANAKO;

INT.CL. : C01F 7/00 B41M 5/00 C01G 9/00
C01G 53/00

TITLE : DYE FIXING COMPOUND AND
PRINTING SHEET



II

ABSTRACT : PROBLEM TO BE SOLVED: To firmly fix a dye between layers by an intercalation reaction with a dye fixing compound and form a clear image on a printing sheet using the dye fixing compound by arranging an inorganic oxyacid anion between layers of a compound of hydrotalcites.

SOLUTION: This printing sheet is obtained by forming a dye fixed layer in which a dye is received and fixed by an intercalation reaction on a filmy support. A compound of hydrotalcites having a structure represented by formula I (MII denotes a bivalent metal ion selected from Mg, Zn, Ni and Ca; A denotes an n-valent anion; x and m satisfy $0.1 < x < 0.4$ and $0 < m < 2$) or formula II (A denotes an n-valent anion; m satisfies $0 < m < 2$) is used as the dye fixing compound for the photographic printing sheet. An inorganic oxyacid anion is arranged between layers of the compound of the hydrotalcites. A perchlorate ion, a nitrate ion and a sulfate ion are preferred as the inorganic oxyacid anion.

COPYRIGHT: (C)2000,JPO

BEST AVAILABLE COPY

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-211917

(P2000-211917A)

(43) 公開日 平成12年8月2日(2000.8.2)

(51) Int. Cl. ⁷	識別記号	F I	テマコード(参考)
C 0 1 F 7/00		C 0 1 F 7/00	C 2 H 0 8 6
B 4 1 M 5/00		B 4 1 M 5/00	B 4 G 0 4 7
C 0 1 G 9/00		C 0 1 G 9/00	B 4 G 0 4 8
53/00		53/00	A 4 G 0 7 6

審査請求 未請求 請求項の数4 O L (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願平11-14471
(22) 出願日 平成11年1月22日(1999.1.22)

(71) 出願人 000002185
ソニー株式会社
東京都品川区北品川6丁目7番35号
(71) 出願人 000162489
協和化学工業株式会社
香川県高松市屋島西町305番地
(72) 発明者 伊東 謙吾
東京都品川区北品川6丁目7番35号 ソニー株式会社内
(74) 代理人 100087736
弁理士 小池 晃 (外2名)

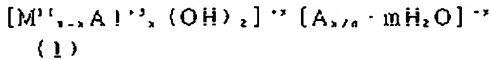
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 染料定着性化合物及び印刷シート

(57) 【要約】

【課題】 イオン交換作用に基づくインターカレーション作用により染料を定着するハイドロタルサイト系層間化合物に物質的な汎用性を付与せしめた。

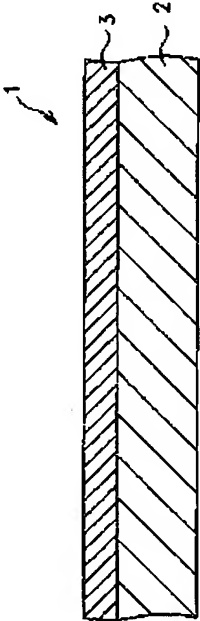
【解決手段】 一般式(1)又は(2)で示される構造のハイドロタルサイト類化合物の層間に無機酸素酸アニオンが配されてなる。



(式中、M^{x+}はMg、Zn、Ni、Caから選ばれる2価の金属イオン、Aはn価のアニオンを表し、x及びmは0.1<x<0.4、0<m<2を満たす正数である。)



(式中、Aはn価のアニオンを表し、mは0<m<2を満たす正数である。)



(2)

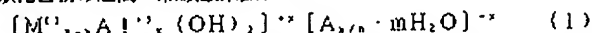
特開2000-211917

1

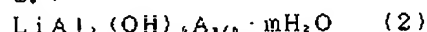
2

【特許請求の範囲】

【請求項1】 一般式(1)又は(2)で示される構造のハイドロタルサイト類化合物の層間に無機酸素酸アニ*

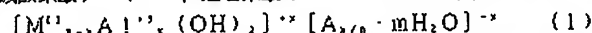


(式中、 M^{x+} はMg、Zn、Ni、Caから選ばれる2価の金属イオン、Aはn価のアニオンを表し、x及びmは0.1<x<0.4、0<m<2を満たす正数である。)

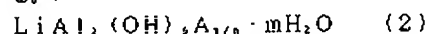


(式中、Aはn価のアニオンを表し、mは0<m<2を満たす正数である。)

【請求項2】 上記無機酸素酸アニオンが、過塩素酸イ*



(式中、 M^{x+} はMg、Zn、Ni、Caから選ばれる2価の金属イオン、Aはn価のアニオンを表し、x及びmは0.1<x<0.4、0<m<2を満たす正数である。)



(式中、Aはn価のアニオンを表し、mは0<m<2を満たす正数である。)

【請求項4】 上記無機酸素酸アニオンが、過塩素酸イオン、硝酸イオン、又は硫酸イオンであることを特徴とする請求項3記載の印画シート。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、染料が定着される染料定着性化合物及びそれを用いた印画シートに関する。

【0002】

【従来の技術】近年、パソコン等の表示画像を銀塩系写真と同じように印画シートに出力するためにインクジェット方式を用いた電気的な画像形成が行われている。このインクジェット方式は、電界や熱、圧力等を駆動源として溶液状のインクをノズルより吐出させて、インク成分を印画シートの染料定着層に移行せしめるものである。

【0003】ところで、インクに用いられる染料としては、水溶性の直接染料や酸性染料が主として用いられている。また、印画シートの染料定着層は、染料との親和性に優れた水溶性高分子、有機もしくは無機染料、その他補助的物質が染料浸透性や画像の滲みを制御するように配合されている。その画質の進歩は著しく、走査画像ではあってもドット密度の改善や印画シート(画像染料定着層)の光沢化と相俟って高精細化し、視認距離では銀塩系写真像の品位を呈するようになってきている。

【0004】このインクジェット方式に用いられる染料は、直接染料の染色理論に代表されるように、染料定着層への移行後は染料定着層構成成分とのファンデルワールス力、水素結合等の相互作用をすることによって染料定着層中に保持(染色)されている。従って、そのまま

*オンが配されてなることを特徴とする染料定着性化合物。

※オン、硝酸イオン、又は硫酸イオンであることを特徴とする請求項1記載の染料定着性化合物。

【請求項3】 支持体と、上記支持体上に形成された染料定着層とを有し、

上記染料定着層は、一般式(1)又は(2)で示される構造のハイドロタルサイト類化合物の層間に無機酸素酸アニオンが配されてなる染料定着性化合物を含有していることを特徴とする印画シート。

では、画像形成後に染料に対してより親和力の優れた溶媒や樹脂等に接した場合、あるいはこれらの相互作用を打ち消すだけの熱エネルギーが供給された場合には、染料の溶出や移行が誘発されたり、画像のボケが発生する等の不都合が生じてしまい、いわゆる銀塩系写真のような完全な定着性を示さない状況にある。同様に、直接染料や酸性染料を記録手法に用いる文具、印刷等の一般的な印字材料についても同じ問題が潜在する。

【0005】このような状況を打開するために、例えば特公昭62-798号公報、USP第4694302号公報、特開平1-225585号公報、特公昭63-11158号公報等に見られるように化学結合の形成に基づく手段が提案されている。

【0006】これらの公報では、インク用染料に反応染料を用い、染料定着層中の活性基と共有結合を形成する方法、あるいは、染料アニオンと染料定着層中の有機高分子カチオン間にもしくは染料アニオンと染料定着層中の無機低分子カチオン間にイオン結合を形成させる方法等により、インクを染料定着層に化学的に固定する方法が開示されている。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、これらの手段では、インクや染料定着層の反応性が高すぎて保存性が悪いことや、短時間で反応が完了せず、安定な画像形成に長時間を要したり、もしくは、加熱等の補助手段を必要とする。また、染料の調製が難しく使用可能な色相が限られる。または、画像の透明性や光沢の確保が困難などの欠点がある。さらに、これらの手段によって耐水性が向上しても、耐溶剤性や耐光性が欠如あるいは不足していたりして画像の品位と定着性が十分に両立するとは言い難い。

【0008】このため、従来のインクジェット画像は証明写真や野外展示印刷等、高度の画像耐久性が求められる分野にて実用化が大きく妨げられている。それとともに、画像の彩度、解像性を高めてより高品位な画質を得ることが望まれている。かかる状況下、この問題に答えるべく、特開平7-68925号公報に示されるがこ

(3)

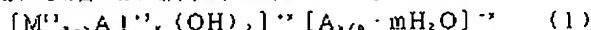
特開2000-211917

3

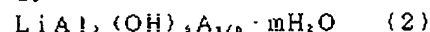
4

とく、イオン交換作用に基づくインターカレーション作用を用いた染料画像の定着方法が提案されている。

【0009】しかしながら、その記述では、酸性染料や直接染料などの広義のアニオン染料を分子レベルで補足する作用を有するハイドロタルサイト系層間化合物が限定されており、当該物質の合成の難易や原料価格に応じて経済効果を左右する場合もある。また、用途によっては例えば安価な汎用紙を対象とする場合には、高度な光沢や透明性を必要としないので、特開平7-68925号公報等に表示されるように、比較的に高価な有機酸で表面処理して得られるハイドロタルサイト類あるいはハイドロタルサイト類を焼成して得られる酸化物質固溶体を染料定着性化合物として用いた場合には、品質過剰に陥る*

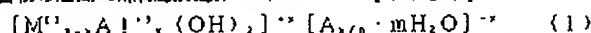


(式中、 M^{x+} はMg、Zn、Ni、Caから選ばれる2価の金属イオン、Aはn価のアニオンを表し、x及びmは0.1<x<0.4、0<m<2を満たす正数である。)

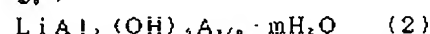


(式中、Aはn価のアニオンを表し、mは0<m<2を満たす正数である。)

上述したような本発明に係る染料定着性化合物では、ハイドロタルサイト類化合物の層間に無機酸素酸アニオン※



(式中、 M^{x+} はMg、Zn、Ni、Caから選ばれる2価の金属イオン、Aはn価のアニオンを表し、x及びmは0.1<x<0.4、0<m<2を満たす正数である。)

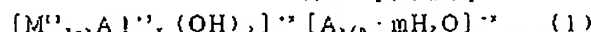


(式中、Aはn価のアニオンを表し、mは0<m<2を満たす正数である。)

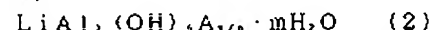
上述したような本発明に係る印画シートでは、染料定着性化合物として、層間に無機酸素酸アニオンが配されたハイドロタルサイト類化合物を含有しているため、インターカレーション反応により染料が層間に強固に定着されて、鮮明な画像が形成される。

【0015】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態について説明する。



(式中、 M^{x+} はMg、Zn、Ni、Caから選ばれる2価の金属イオン、Aはn価のアニオンを表し、x及びmは0.1<x<0.4、0<m<2を満たす正数である。)



(式中、Aはn価のアニオンを表し、mは0<m<2を満たす正数である。)

上記(1)又は(2)で示されるハイドロタルサイト類化合物は、化学合成され、夾雑物を含まずに純白色もしくは淡い着色を呈する。合成ハイドロタルサイトを用い

*場合もある。

【0010】本発明は、上述したような従来の実情に鑑みて提案されたものであり、イオン交換作用に基づくインターカレーション作用により染料を定着するハイドロタルサイト系層間化合物に物質的な汎用性を付与せしめた安価な染料定着性化合物及びそれを用いた印画シートを提供することを目的とする。

【0011】

【課題を解決するための手段】本発明の染料定着性化合物は、一般式(1)又は(2)で示される構造のハイドロタルサイト類化合物の層間に無機酸素酸アニオンが配されてなることを特徴とする。

【0012】

※が配されているので、インターカレーション反応により染料が層間に強固に定着される。

【0013】また、本発明の印画シートは、支持体と、上記支持体上に形成された染料定着層とを有し、上記染料定着層は、一般式(1)又は(2)で示される構造のハイドロタルサイト類化合物の層間に無機酸素酸アニオンが配されてなる染料定着性化合物を含有していることを特徴とする。

【0014】

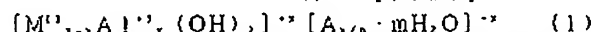
★【0016】本実施の形態に係る印画シートの一構成例を図1に示す。この印画シート1は、フィルム状の支持体2上に、インターカレーション反応により染料が受容、定着される染料定着層3が形成されてなる。

【0017】支持体2としては、紙、合成紙、プラスチックフィルム、金属板、金属箔、アルミニウムを蒸着したプラスチックフィルム等から任意に選択される。

【0018】染料定着層3は、染料定着性化合物と、バインダー高分子とを含有し、染料定着性化合物が、バインダー高分子中に分散されてなる。

【0019】本実施の形態に係る印画シート1では、染料定着性化合物として、下記一般式(1)又は(2)で示される構造のハイドロタルサイト類化合物を用いている。

【0020】



ることで、銀塩写真に比較し得るような高い彩度を実現する染料定着層3を形成することが可能となる。

【0021】また、このハイドロタルサイト類化合物は、層間に無機酸素酸アニオンが配されている。ここで、無機酸素酸とは、酸素を含む無機酸、すなわち酸素以外の非金属又は金属に酸素が配位した基を有する酸をいう。上記ハイドロタルサイト類化合物の層間に配される無機酸素酸としては、例えば過塩素酸、硝酸、硫酸等が好適なものとして挙げられる。

【0022】一方、比較的に長いアルキル基等の炭化水素

50

(4)

特開2000-211917

5

鎖を有するカルボン酸、スルホン酸、硫酸エステル酸、リン酸エステル酸等の有機酸を用いた場合、その配置位置にも依存するが、水和しにくい被吸着表面を与えることから、染料分子と層間表面との接触を断ち、親水性染料の定着部位を奪うことで染料の定着効果を不足せしめてしまう。そのため、上述したような無機酸素酸を用いることで、染料分子と層間表面との親和性を高め、染料の定着効果を満足することができる。

【0023】また、上記染料定着性化合物は、無機酸素酸の吸着量が、ハイドロタルサイト類のアニオン交換容量に対する無機酸の当量比で0.2～1.1の範囲であることが好ましい。無機酸素酸の吸着量が当量比で0.2よりも少ないと、染料定着性化合物の染料定着効果が十分に得られない。また、無機酸素酸の吸着量が当量比で1.1よりも多いと、却って染料の定着を阻害してしまう。従って、無機酸素酸の吸着量を上述の範囲とすることで、染料定着性化合物の染料定着効果を十分に発揮することができる。

【0024】そして、このような染料定着性化合物は、その表面のカチオン部が、直接染料又は酸性染料のアニオン部とイオン結合を形成することにより、染料を定着して画像を形成する。その原理について、図2～図4を用いて説明する。

【0025】本実施の形態に係る染料定着性化合物の出発物質として用いられる天然型のハイドロタルサイト類化合物10は、図2に示すように、層間や層を構成する金属水酸化物の八面体の表面に炭酸イオン (CO_3^{2-}) 11を保持している。このときの層間距離を d_1 とする。

【0026】上記ハイドロタルサイト類化合物10を水で膨潤させておき、無機酸素酸陰イオン12を添加すると吸着平行に至り、図3に示すようなイオン交換が起こり、予め存在していた炭酸イオン11に代わってこの無機酸素酸陰イオン12が層間等の表面に吸着する。このときの層間距離 d_2 は、置換した無機酸素酸陰イオン12のサイズに応じて変化する。

【0027】そして、このハイドロタルサイト類化合物10に、直接染料又は酸性染料等の染料13が、水、アルコール等の高誘導率溶媒に分散されてなるインクが供給されると、染料13は、ハイドロタルサイト類化合物10の層間等に速やかに移行する。そして、染料13のアニオン部と、層間表面の無機酸素酸陰イオン12との間でイオン交換あるいは何らかの電子的相互作用が起こり、図4に示すように、染料13がハイドロタルサイト類化合物10の層間等の表面に強く吸着する。このような作用により、染料が染料定着性化合物に定着することになる。

【0028】また、上記染料定着性化合物の含有量は、染料定着層3を構成する固形分の20重量%～90重量%であることが好ましい。染料定着性化合物の含有量が

6

20重量%よりも少ないと、染料定着効果が十分ではなく、また、染料定着性化合物の含有量が90重量%よりも多いと、染料定着層3の柔軟性が低下してしまう。従って、上記染料定着性化合物の含有量を20重量%～90重量%とすることで、柔軟性に富み、染料定着能力に優れた印画シート1を得ることができる。

【0029】バインダー高分子としては、通常この種の印画シートの染料定着層に用いられている公知の熱可塑性樹脂が使用可能であるが、染料定着性化合物の染料定着作用を阻害するような置換基、例えば、染料定着性化合物に対して、直接染料又は酸性染料よりも相対的にイオン交換等による吸着を起こしやすい置換基を含むものは好ましくない。

【0030】このような染料定着層3は、染料定着性化合物とバインダー高分子とが高誘導率溶媒中で分散されてなる塗料を、支持体2上に塗布、乾燥することにより形成される。ここで、上記高誘導率溶媒には、バインダー高分子を溶解せしめる溶媒が用いられる。

【0031】また、染料定着性化合物の染料定着性を阻害しない限り、さまざまな目的で染料定着層3中に各種添加剤を添加してもよい。染料定着層3中に添加される添加剤としては、例えば、バインダー高分子のガラス転移点 T_g を制御するための可塑剤、染料定着層3の吸水性や帯電性制御のための補助的添加剤、耐光性改善のための紫外線吸収剤あるいは品位改善のための蛍光増白剤等が挙げられる。

【0032】そして、上述したような本実施の形態に係る印画シート1に対しては、直接染料又は酸性染料を用いたインクが用いられることが好ましい。

【0033】ここで、直接染料、酸性染料とは、染色団としてモノアゾ、ジスアゾ、アントラキノン、トリフェニルメタン、その他を有し分子内に1～3個のスルホン酸基またはカルボキシル基の陰イオン性の水溶性基を持つものをいい、一般に酸性染料よりも直接染料の方が分子量が大きい。

【0034】この印画シート1に対して好適に用いられる染料を具体的に例示すれば、イエロー系染料として、C. Iダイレクトイエロー1, 8, 11, 12, 24, 26, 27, 28, 33, 39, 44, 50, 58, 85, 86, 87, 88, 89, 98, 100, 110等の他、C. Iアシッドイエロー1, 3, 7, 11, 17, 19, 23, 25, 29, 36, 38, 40, 42, 44, 49, 59, 61, 70, 72, 75, 76, 78, 79, 98, 99, 110, 111, 112, 114, 116, 118, 119, 127, 128, 131, 135, 141, 142, 161, 162, 163, 164, 165等が挙げられる。

【0035】マゼンタ系染料として、C. Iダイレクトレッド1, 2, 4, 9, 11, 13, 17, 20, 23, 24, 28, 31, 33, 37, 39, 44, 4

50

(5)

特開2000-211917

7

6. 62, 63, 75, 79, 80, 81, 83, 84, 89, 95, 99, 113, 197, 201, 218, 220, 224, 225, 226, 227, 228, 229, 230, 231等の他、C. イアシッドレッド1, 6, 8, 9, 13, 14, 18, 26, 27, 32, 35, 37, 42, 51, 52, 57, 75, 77, 80, 82, 83, 85, 87, 88, 89, 92, 94, 97, 106, 111, 114, 115, 117, 118, 119, 129, 130, 131, 133, 134, 138, 143, 145, 154, 155, 158, 168, 180, 183, 184, 186, 194, 198, 199, 209, 211, 215, 216, 217, 219, 249, 252, 254, 256, 257, 262, 265, 266, 274, 276, 282, 283, 303, 317, 318, 320, 321, 322等が挙げられる。

【0036】シアン系色素としては、C. イダイレクトブルー1, 2, 6, 8, 15, 22, 25, 41, 71, 76, 77, 78, 80, 86, 90, 98, 106, 108, 120, 158, 160, 163, 165, 168, 192, 193, 194, 195, 196, 199, 200, 201, 202, 203, 207, 225, 226, 236, 237, 246, 248, 249等の他、C. イアシッドブルー1, 7, 9, 15, 22, 23, 25, 27, 29, 40, 41, 43, 45, 54, 59, 60, 62, 72, 74, 78, 80, 82, 83, 90, 92, 93, 100, 102, 103, 104, 112, 113, 117, 120, 126, 127, 129, 130, 131, 138, 140, 142, 143, 151, 154, 158, 161, 166, 167, 168, 170, 171, 175, 182, 183, 184, 187, 192, 199, 203, 204, 205, 229, 234, 236等が挙げられる。

【0037】また、ブラック系染料としては、C. イダイレクトブラック17, 19, 22, 32, 38, 51, 56, 62, 71, 74, 75, 77, 94, 105, 106, 107, 108, 112, 113, 117, 118, 132, 133, 146等の他、C. イアシッドブラック1, 2, 7, 24, 26, 29, 31, 44, 48, 50, 51, 52, 58, 60, 62, 63, 64, 67, 72, 76, 77, 94, 107, 108, 109, 110, 112, 115, 118, 119, 121, 122, 131, 132, 139, 140, 155, 156, 157, 158, 159, 191等が挙げられる。

【0038】上述したような直接染料又は酸性染料をそのままインク用色素として用いた水性インクを使用できることはもちろん、インクの補助添加物として用いる溶剤類との相溶性あるいは染料定着層3中での滲み性制御

8

を目的として、染料の対カチオンを有機イオンに置換して用いたインクを用いることもできる。

【0039】印画シート1に画像を形成する際には、画像信号に応じて、ピエゾ素子や感熱素子等を用いてインク滴をノズルより吐出することにより、インクが選択的に印画シート1上に移行せしめられて画像が形成される。なお、インクを印画シート1上に移行せしめるための手段は、ピエゾ素子や感熱素子等に限定されるものではなく、インクジェット方式においてこれまで提案されているものがいずれも使用可能である。

【0040】なお、上述した実施の形態では、染料定着性化合物を含有する染料定着層3が支持体2上に形成されてなる印画シート1を例に挙げて説明したが、本発明はこれに限定されるものではなく、染料定着性化合物やバインダー高分子等の染料定着層構成材料を繊維バルブと共に抄紙することにより、染料定着層が支持体と一体に形成された印画シートについても適用可能である。

【0041】

【実施例】・染料定着性化合物の染料吸着量についての評価

つぎに示す実施例1～実施例2及び比較例1では、ハイドロタルサイト化合物の層間イオンを炭酸イオンから無機炭酸イオンに置換し、染料吸着量の変化について調べた。

【0042】〈実施例1〉組成式(1)中MがマグネシウムでAが炭酸イオンの合成ハイドロタルサイト(モル比 $MgO/Al_2O_3 = 4.1 \pm 0.1$)20gを1リットルの水中に分散して攪拌しながら、ハイドロタルサイト類のアニオン交換容量に対する無機炭酸の当量比で1.1当量の硝酸を200ccの水に溶解し滴下した。この分散液を室温で24時間放置した後、沈殿物をろ別し純水で洗浄して105℃で乾燥し純白色の粉体を得た。このようにして、層間に硝酸イオンを吸着させた染料定着性化合物を得た。

【0043】〈実施例2〉組成式(1)中MがマグネシウムでAが炭酸イオンの合成ハイドロタルサイト(モル比 $MgO/Al_2O_3 = 4.1 \pm 0.1$)20gを1リットルの水中に分散して攪拌しながら、ハイドロタルサイト類のアニオン交換容量に対する無機炭酸の当量比で1.1当量の硫酸を200ccの水に溶解し滴下した。この分散液を室温で24時間放置した後、沈殿物をろ別し純水で洗浄して105℃で乾燥し純白色の粉体を得た。このようにして、層間に硫酸イオンを吸着させた染料定着性化合物を得た。

【0044】以上のようにして得られた実施例1及び実施例2の各無機炭酸イオンが吸着された染料定着性化合物について、染料吸着量を次の方法により測定した。

【0045】まず、無機炭酸イオンが吸着された染料定着性化合物1.0gを、100gの純水中に超音波分

50

(5)

特開2000-211917

9

10

散機を用いて分散し白色の懸濁液を得た。そして、この懸濁液に、染料としてクロラゾールブラックT水溶液を所定量添加して一夜放置し、室温で吸着平衡に至らしめた。次に、水溶液中に残存する（吸着に与らなかった）染料量を分光学的に定量化した。

【0046】そして、既知の染料添加量から、吸着に与らなかった染料量を差し引くことにより、染料定着性化合物に吸着された染料量を算出した。染料の添加量を10、35、65 [mmol/100g]と変えて、それぞれの場合の染料吸着量を算出した。

*10 【表1】

	層間イオン	平均粒径 (μm)	BET比表面積 (m^2/g)	XRD d(003) (Å)
実施例1	硝酸イオン	1.51	12.3	8.79
実施例2	硫酸イオン	5.48	13.6	10.85
比較例1	炭酸イオン	0.60	8.8	7.63

【0050】

※ ※ 【表2】

染料添加量 (mmol/100g)	染料吸着量 (mmol/100g)		
	実施例1	実施例2	比較例1
10	4.0	6.0	2.0
35	8.0	7.5	4.0
65	12.5	10.0	4.6

【0051】表2から明らかなように、無機酸素酸イオンを吸着した実施例1～実施例2の染料定着性化合物の染料吸着量は、炭酸イオンを吸着した比較例1の染料定着性化合物の染料吸着量よりも常に多いという結果が得られた。これは、表1からもわかるように、層間イオンを炭酸イオンから無機酸素酸イオンに変更したことにより比表面積が増加したためと推定される。

【0052】従って、ハイドロタルサイト化合物の層間に無機酸素酸イオンを存在せしめることで、染料吸着性に優れた染料定着性化合物が得られることがわかった。

【0053】・印画シートの染料定着性についての評価つぎに示す実施例3～実施例6及び比較例2では、層間に無機酸素酸イオンが吸着された染料定着性化合物を用いて印画シートを作製し、その染料定着性について評価した。

【0054】〈実施例3〉まず、実施例1で作製した、層間に硝酸イオンが吸着された染料定着性化合物を0.5gと、叩解したパルプを3gとをビーカーに入れ、さらに100ccの水を加え、スプーンを用いて軽く攪拌しながら、サイズ剤を0.06gと定着剤を0.12gとの希釈液を加えた。この混合液をミキサーにて約5分間攪拌した後、抄紙機の水槽に投入し、さらに攪拌を行った。

【0055】ここで、上記サイズ剤には、ディックハーキュレス社製のマコーベル12（原液中の固形分は1

*【0047】また、比較例1として、出発物質である、組成式(1)中MがマグネシウムでAが炭酸イオンの合成ハイドロタルサイトについても同様な条件下で染料吸着量を測定した。

【0048】実施例1、実施例2及び比較例1の染料定着性化合物の物理的性質を表1に示し、また、上記染料定着性化合物の染料吸着量を、染料添加量とともに表2に示す。

【0049】

【表1】

2.0%)を用いた。このマコーベル12は、製紙後の水分による伸縮を防ぐ作用を有する。また、上記定着剤には、ディックハーキュレス社製のカイメン557-H（原液中の固形分は12.5%）を用いた。このカイメン557-Hは、パルプ間の（もしくは顔料との）接着を促進する作用を有する。

【0056】次に、水槽内の水を一気に抜いた。これにより、印画シートを構成するシート成分が水槽下部に積層する。そして、水槽下部に積層したシート成分の上に吸水紙を置いて重石ローラーにて押圧した。次に、吸水紙を外してから、底部に形成されている原紙を最下部のスクリーンメッシュから剥離して、乾燥機にて160℃で脱水した。これにより、染料定着層が支持体と一体に形成されてなる印画シートが得られた。

40 【0057】〈実施例4〉染料定着性化合物の添加量を1.0gとしたこと以外は実施例3と同様にして印画シートを作製した。

【0058】〈実施例5〉染料定着性化合物の添加量を3.3gとしたこと以外は実施例3と同様にして印画シートを作製した。

【0059】〈実施例6〉染料定着性化合物の添加量を5.5gとしたこと以外は実施例3と同様にして印画シートを作製した。

50 【0060】〈比較例2〉染料定着性化合物を添加しなかったこと以外は実施例3と同様にして印画シートを作

(7)

特開2000-211917

11

12

製した。

【0061】以上のようにして得られた実施例3～実施例6及び比較例2の印画シートを、セイコーエプソン社製のプリンタ（商品名MJ-700C）の給紙トレイに装着した。また、プリンタの黒色のインクカセット内容物を、下記組成のインクIと入れ替えて白黒印刷モードにてインクジェット記録を行い、白黒画像を得た。

【0062】・インクI組成

染料（クロラゾールブラックT）：2重量部

トリエチレングリコールジアセテート：5重量部

テトラエチレングリコール：2重量部

水：30重量部

染料定着性化合物を含む実施例3～実施例6の印画シートでは、光沢性がやや劣るものの、良好な画像が得られた。一方、染料定着性化合物を含まない比較例2の印画シートでは、高濃度部でインクがシート背面に達する現象が認められた。

【0063】次に、各記録画像を水中に5秒間浸漬したところ、比較例2の印画シートでは直ちに染料の溶出が起こった。一方、実施例3の印画シートでは、高濃度部にて染料の溶出が認められたが、実施例4～実施例6の印画シートでは、染料の溶出は全く見られず、完全な定着性を示した。

【0064】さらに、染料定着性化合物として、層間イオンが炭酸イオンであるハイドロタルサイトを用いた場合についても同様に画像の定着性能を評価したところ、完全な定着性は得られなかった。

【0065】従って、染料定着性化合物として用いられるハイドロタルサイト化合物の層間に無機酸素酸イオンを存在せしめることで、画像の定着性が大幅に改善されたことが明白となった。

【0066】・印画シートの画像性能についての評価
つぎに示す実施例7及び比較例3では、層間に過塩素酸イオンが吸着された染料定着性化合物を用いて印画シートを作製し、その画像性能について評価した。

【0067】〈実施例7〉組成式(1)中MがマグネシウムでAが炭酸イオンの合成ハイドロタルサイト（モル比 $MgO/A_2O_3 = 6.1 \pm 0.1$ ）30gを1リットル*

*トルの水中に分散して攪拌しながら、200ccのエタノールに溶解した過塩素酸を60mg当量分滴下した。この分散液をポリビニルブチラール（積水化学社製、商品名BL-1）を1重量%含むエタノール溶液1kgに投入し、20時間サンドミルによる分散を行って白色懸濁液を得た。

【0068】この懸濁液を、上質紙の片面にワイヤーバーを用いて塗布後、110℃の熱風にて1分間乾燥して固体被膜を得た。次に、表面温度120℃の弾性ローラー間を10cm/秒の早さで送りながら圧着し室温に冷却して汎用紙様の白色印画シートを作製した。

【0069】〈比較例3〉染料定着性化合物として、層間イオンが炭酸イオンであるハイドロタルサイトを用いて、実施例7と同様に印画シートを作製した。

【0070】以上のようにして得られた実施例8及び比較例3の印画シートをセイコーエプソン社製のプリンタ（商品名MJ-700C）の給紙トレイに装着し、また、インクカセット内容物を下記組成のインクIIと入れ替えてインクジェット記録を行い、カラー画像を得た。

【0071】・インクII組成

染料：2重量部

テトラメチルアンモニウムクロリド：1重量部

ジエチレングリコール：5重量部

2-ピロリドン：15重量部

水：50重量部

染料

Y：C. I. アシットイエロー23

M：C. I. アシットレッド52

C：C. I. アシットブルー9

その結果、実施例7及び比較例3の印画シートに形成された画像は、どちらも真円状のドットを形成していた。また、得られた画像について、光沢度、画像濃度（シアン、マゼンタ）、耐湿湿度色差（シアン、マゼンタ）を測定した。その結果を表3に示す。なお、表3において、耐湿湿度色差は、色差が5以下のときを○とし、20以上のときを×として示した。

【0072】

【表3】

	光沢度	シアン		マゼンタ	
		濃度	耐湿湿度色差	濃度	耐湿湿度色差
実施例7	58	0.78	○	1.23	○
比較例8	35	0.65	×	1.02	×

【0073】表3から、層間に過塩素酸が吸着された染料定着性化合物を用いた印画シートでは、得られる画像が、光沢や発色濃度当の品位だけでなく耐湿湿度特性にも優れることがわかる。

【0074】従って、染料定着性化合物として用いられるハイドロタルサイト化合物の層間に無機酸素酸イオン

を存在せしめることで、画像性能が大幅に改善されることがわかった。

【0075】

【発明の効果】本発では、画像定着性に優れた染料定着性化合物を、安価に実現することができる。また、本発明では、この優れた染料定着性化合物を染料定着層に用

(8)

特開2000-211917

13

いることで、耐温度特性や画像品位等の性能に優れた画像を得ることができ、経済的にも優れた印画シートを実現することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明に係る印画シートの一構成例を示す断面図である。

【図2】ハイドロタルサイト類化合物の層間の炭酸イオ*

14

*ンが存在している状態を示す模式図である。

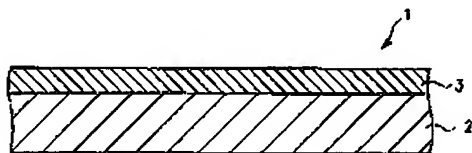
【図3】図2の炭酸イオンが無機酸素酸イオンに置換された状態を示す模式図である。

【図4】ハイドロタルサイト類化合物の層間に染料が定着された状態を示す模式図である。

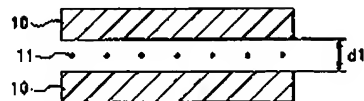
【符号の説明】

1 印画シート、 2 支持体、 3 染料定着層

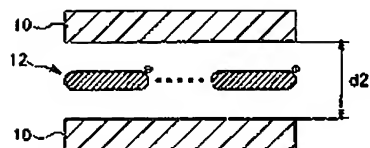
【図1】



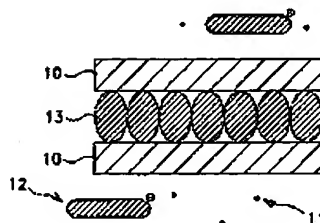
【図2】



【図3】



【図4】



フロントページの続き

(72)発明者 清水 加奈子
香川県坂出市林田町4285番地 協和化学工業株式会社内

Fターム(参考) 2H086 BA15 BA31
4G047 AA05 AC03
4G048 AA03 AC05
4G076 AA09 AA10 AA12 AA14 AA18
AA19 AA21 AB02 AB09 AB21
BA25 CA22 DA30

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☒ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.